

**FLOCCULANT, FLOCCULANT COMPOSITION AND FLOCCULATION METHOD**

**Patent number:** JP7164000  
**Publication date:** 1995-06-27  
**Inventor:** YOKOGAWA TETSUYA; others: 01  
**Applicant:** K S P:KK; others: 01  
**Classification:**  
- **international:** C02F11/14; C08F220/06; C08F220/56; C08F222/02  
- **european:**  
**Application number:** JP19930341751 19931210  
**Priority number(s):**

RECEIVED

JUL 23 2004

OFFICE OF PUBLICATIONS

**Abstract of JP7164000**

**PURPOSE:** To provide the flocculant and flocculant composition capable of filtering off a suspension at a high rate and used to obtain a dehydrated cake which is excellently released from filter cloth, etc., and has a low content of water.

**CONSTITUTION:** A flocculant consisting of a polymer latex is obtained by polymerizing 25wt.% methacrylic acid, 25wt.% acrylic acid, 20wt.% acrylamide and 10wt.% styrene. A water-soluble polymer is mixed in the flocculant to obtain a flocculant composition. Accordingly, a suspension is easily flocculated by adding the flocculant or flocculant composition.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

Reference 1

RECEIVED

JUL 23 2004

OFFICE OF PETITION'S

(51)Int.Cl

C02F 11/14  
C08F220/06  
C08F220/56  
C08F222/02  
// C09K 3/00

(21)Application number : 05-341751

(71)Applicant : K S P-KK

(22)Date of filing : 10.12.1993

NIPPON ZEON CO LTD

(72)Inventor : YOKOGAWA TETSUYA  
SUGIMURA TAKAAKI

**(54) FLOCCULANT, FLOCCULANT COMPOSITION AND FLOCCULATION METHOD**

**(57)Abstract:**

**PURPOSE:** To provide the flocculant and flocculant composition capable of filtering off a suspension at a high rate and used to obtain a dehydrated cake which is excellently released from filter cloth, etc., and has a low content of water.

**CONSTITUTION:** A flocculant consisting of a polymer latex is obtained by polymerizing 25wt% methacrylic acid, 25wt% acrylic acid, 20wt% acrylamide and 10wt% styrene. A water-soluble polymer is mixed in the flocculant to obtain a flocculant composition. Accordingly, a suspension is easily flocculated by adding the flocculant or flocculant composition.

Claims

1. Flocculant comprising 5-90 wt % of (1) ethylenic unsaturated hydrophilic monomer and 10-95 wt% of (2) comonomer.
2. Flocculant composition comprising said flocculant of claim 1 and hydrophilic high polymer.
3. Method for effecting flocculation by using said flocculant of claim 1 or said composition of claim 2.

Details:

The ethylenic unsaturated hydrophilic monomer (1) can be acrylic acid, maleic acid, ethyl maleate, vinyl sulphonic acid and acryl amide

The comonomer (2) may be styrene, methyl(meth)acrylate, dienes such as 1,3-butadiene, isoprene.

Examples (6 Examples and 3 Comparatives)

Example 1

100 parts by weight of monomers shown in Table 1, 300 parts of water, 3.5 parts of sodium dodecylbenzenesulphonate, 0.5 parts of ammonium persulfate were reacted at 60°C, for 8 hours to obtain a flocculant.

Examples 2-3, Comparative

Procedure of Example 1 was repeated but materials were changed as is shown in Table 1.

	Example			Comp.
	1	2	3	1
Monomer composition [%]				
methacrylic acid	25	30	20	10
acrylic acid	25	10	10	10
acyl amide	20	10	10	5
butadiene	20	25	35	55
styrene	10	25	25	20
Properties				
flocculation efficiency [-]	○	○	○	✗
filtration efficiency [sed]	32	35	34	-
dropping off [-]	○	○	○	-
water contents [%]	66	65	67	-

RECEIVED

JUL 23 2004

OFFICE OF PETITION'S

	Example			Comp.	
	4	5	6	2	3
Polymer latex (dry contents %)	100	100	100	0	100
Monomer composition [%]					
methacrylic acid	10	15	25	-	1
acrylic acid	10	2	25	-	1
acyl amide	5	10	20	-	2
butadiene	55	40	10	-	67
styrene	20	33	20	-	30
water-soluble high polymer [g]	350	200	60	100	350
Properties					
flocculation efficiency [-]	○	○	○	○	△
filtration efficiency [sed]	28	29	24	45	45
dropping off [-]	○	○	○	✗	✗
water contents [%]	67	67	66	73	68

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-164000

(43)公開日 平成7年(1995)6月27日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 2 F 11/14	Z A B D	7446-4D		
C 0 8 F 220/06	M L R	7242-4J		
220/56	M N C			
222/02	M L T			
// C 0 9 K 3/00	Z			

審査請求 未請求 請求項の数3 FD (全5頁)

(21)出願番号	特願平5-341751	(71)出願人	592232410 株式会社ケイエスピー 神奈川県川崎市高津区坂戸3丁目2番1号
(22)出願日	平成5年(1993)12月10日	(71)出願人	000229117 日本ゼオン株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目6番1号
		(72)発明者	横川 徹也 神奈川県横浜市磯子区岡村三丁目17番25号
		(72)発明者	杉村 孝明 神奈川県横浜市金沢区東朝比奈三丁目13番 18号
		(74)代理人	弁理士 和田 靖郎

(54)【発明の名称】 凝集剤、凝集剤組成物及び凝集方法

(57)【要約】

【目的】 早い濾過速度で懸濁液を濾別でき、濾布などの剥離性に優れ且つ含水率の低い脱水ケーキを得るための凝集剤及び凝集剤組成物を提供する。

【構成】 メタクリル酸25重量%、アクリル酸25重量%、アクリルアミド20重量%、ブタジエン20重量%及びスチレン10重量%を重合してなる重合体ラテックスからなる凝集剤を得る。この凝集剤に水溶性高分子を配合して凝集剤組成物を得る。

【効果】 この凝集剤または凝集剤組成物を懸濁液に添加することによって、懸濁液を容易に凝集することができる。

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 エチレン性不飽和親水性単量体5～90重量%及びこれと共に重合可能な単量体10～95重量%を共重合してなる共重合体のラテックスからなる凝集剤。

【請求項2】 請求項1記載の凝集剤と、水溶性高分子とを必須成分とする特徴とする凝集剤組成物。

【請求項3】 請求項1記載の凝集剤または請求項2記載の凝集剤組成物を、懸濁液に添加することを特徴とする凝集方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、凝集剤及び凝集剤組成物に関する。さらに詳しくは、懸濁粒子を効率よく凝集でき、早い濾過速度で懸濁液を濾別でき、濾布からの剥離性に優れ且つ含水率の低い脱水ケーキを得ることができる凝集剤及び凝集剤組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 環境問題への関心の高まりに伴って、建設、土木工事、下水処理などにおいて発生する泥土の脱水処理又は湖沼、内湾、都市河川などの水浄化処理などにおける効率化が要望されるようになってきた。汚泥などの泥漿状の懸濁液は、懸濁粒子の粒子径が非常に小さいため懸濁液を静置しても懸濁粒子が容易に沈降せず、通常の濾過装置では懸濁粒子が流出するので、水と懸濁粒子との分離が難しい。従来、このような懸濁液の脱水処理あるいは水浄化処理には、ポリ塩化アルミニウムなどの無機凝集剤又はポリアクリルアミドなどの有機凝集剤を使用して圧搾脱水機、遠心脱水機、真空脱水フィルターブレスなどを用いて、懸濁粒子と水との分離していた。しかし、これらの方法では、懸濁粒子の濾布への付着や目詰まりに依り濾過速度が遅くなるか、脱水ケーキの含水率が高く、その後処理が問題となるか、或いは流逸する懸濁粒子が多くなるという問題があった。この問題に対処する為に、懸濁液に、ラテックスと保護コロイド形成物質とを凝集剤として添加して、懸濁粒子を凝集させ、非粘着性の大きな凝集物を形成させて、これを濾過分離する方法が提案されている(特開昭57-147500号公報、特開平3-232600号公報)。しかし、この方法で使用する凝集剤では、濾過分離する際の濾過速度が未だ低く、重力脱水時間が長く、且つ脱水ケーキがベルトコンベア等に付着し作業性が悪かった。しかも、凝集剤等を多量に添加しなければならず運転経費がかさみ不経済であった。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、懸濁粒子を効率よく凝集でき、早い濾過速度で懸濁液を濾別でき、濾布などからの剥離性に優れ且つ含水率の低い脱水ケーキを得る為の凝集剤及び凝集剤組成物を提供することにある。本発明者らは、前記目的を達成すべく鋭意

検討した結果、エチレン性不飽和親水性単量体を共重合させて得られる共重合体のラテックスを凝集剤として用いることによって、前記目的を達成できることを見出し、この知見に基づいて本発明の凝集剤及び凝集剤組成物を完成するに至った。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 かくして本発明によれば、エチレン性不飽和親水性単量体5～90重量%及びこれと共に重合可能な単量体10～95重量%を共重合してなる共重合体のラテックスからなる凝集剤が提供される。また、本発明によれば、前記凝集剤と、水溶性高分子とを必須成分とする凝集剤組成物が提供される。

【0005】 本発明の凝集剤は、エチレン性不飽和親水性単量体5～90重量%及びこれと共に重合可能な単量体10～95重量%を共重合してなる共重合体のラテックスからなるものである。

【0006】 本発明の凝集剤としての共重合体のラテックスに用いるエチレン性不飽和親水性単量体は、20℃における水に対する溶解度が10重量%以上、好ましくは20重量%以上のものである。具体例として、アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸などのエチレン性不飽和モノカルボン酸及びその塩；フマル酸、マレイン酸、イタコン酸、ブテントリカルボン酸などのエチレン性不飽和多価カルボン酸、その無水物及び塩；マレイン酸モノエチル、イタコン酸モノメチルなどのエチレン性不飽和多価カルボン酸の部分エステル化物；ビニルスルホン酸などのエチレン性不飽和スルホン酸及びその塩；アクリルアミド、メタクリルアミドなどのエチレン性不飽和カルボン酸アミド等を挙げる事ができる。これらのエチレン性不飽和親水性単量体のうち、アクリル酸、メタクリル酸、アクリルアミド及びメタクリルアミドが好適である。

【0007】 前記共重合体のラテックスにおいて、エチレン性不飽和親水性単量体の量は、全単量体の5～90重量%、好ましくは15～80重量%、さらに好適には20～75重量%である。5重量%未満では、凝集剤を泥漿状の懸濁液に添加しても凝集物が生じず、濾過速度が低い。逆に90重量%を超えると、懸濁粒子が目詰まりを起こしやすくなり、得られる脱水ケーキは濾布などからの剥離性が悪く、含水率が高くなる。

【0008】 エチレン性不飽和親水性単量体と共に重合可能な他の単量体としては、スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、ビニルトルエン、クロロスチレンなどの芳香族ビニル単量体；(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸プロピル、(メタ)アクリル酸 $\eta$ -アミル、(メタ)アクリル酸イソアミル、(メタ)アクリル酸ヘキシル、(メタ)アクリル酸エチルヘキシル、(メタ)アクリル酸オクチル、(メタ)アクリル酸ヒドロキシエチル、(メタ)アクリル酸ヒドロキシプロピル、(メタ)アクリル酸グリシルなどのエ

チレン性不飽和カルボン酸エステル単量体；アリルグリシルエーテルなどのエチレン性不飽和グリシルエーテル；1, 3-ブタジエン、イソブレン、2, 3-ジメチル-1, 3-ブタジエン、1, 3-ペンタジエンなどの共役ジエン単量体；アクリロニトリル、メタクリロニトリルなどのエチレン性不飽和ニトリル単量体等が挙げられる。これらの単量体のうちスチレン、メタクリル酸メチル及びアクリロニトリルからなる群の少なくとも一種と、ブタジエン及びアクリル酸ブチルからなる群の少なくとも一種とを組合せたもの、好ましくはスチレンとブタジエンとを組み合わせたものは、凝集剤の凝集性能が高くなるので好適に用いられる。スチレン、メタクリル酸メチル及びアクリロニトリルからなる群と、ブタジエン及びアクリル酸ブチルからなる群との重量比率は、通常、8/2~1/9、好ましくは7/3~2/8である。

【0009】本発明の凝集剤としての共重合体のラテックスは、通常、乳化重合法、懸濁重合法などによって得られる。共重合体のラテックスの製法の具体例としては、特公昭49-44948号公報、特開平60-162897号公報、特開昭60-162898号公報、特開平4-73293号公報などに開示される重合法が挙げられる。

【0010】本発明の凝集剤組成物は前記凝集剤と、水溶性高分子とを必須成分とするものである。本発明の凝集剤組成物は、前記凝集剤と水溶性高分子と併用することにより、さらに凝集性能が高くなるので、濾過速度が早くなり且つ剥離性が高くなる。

【0011】水溶性高分子としては、アルギン酸ソーダ、ポリ(メタ)アクリル酸ソーダ、カルボキシメチセルロースのソーダ塩、アニオン性のポリ(メタ)アクリルアミド、リグニンスルホン酸ナトリウム、カ性デンプン、ノニオン性のポリ(メタ)アクリルアミド、ポリオキシエチレン、デンプン、セルロース等のアニオン性又はノニオン性の水溶性高分子が挙げられる。これらの水溶性高分子のうち、ポリ(メタ)アクリルアミドは、凝集剤組成物の凝集性能が高くなるので好適である。

【0012】水溶性高分子の量は、前記凝集剤の固形分100重量部に対して、通常、10~900重量部、好ましくは40~400重量部である。10重量部より少なすぎると懸濁液の濾過速度が低下傾向になり、900重量部より多すぎると脱水ケーキの剥離性が悪化傾向になる。

【0013】本発明の凝集剤組成物の調製方法としては、前記凝集剤と水溶性高分子とを混合する方法、水溶性高分子の存在下に前記凝集剤を構成する単量体を共重合して得る方法などが挙げられる。

【0014】本発明の凝集剤及び凝集剤組成物の性状は水分散液である。凝集剤及び凝集剤組成物の固形分濃度は、通常、0.01~30重量%、好ましくは0.1~

20重量%である。

【0015】本発明の凝集方法は、前記凝集剤または凝集剤組成物を、懸濁液に添加するものである。凝集剤または凝集剤組成物の添加量は、懸濁液の固形分100重量部に対して、通常、0.1~5重量部、好ましくは0.3~2重量部(固形分換算)である。5重量部より多いと脱水ケーキの剥離性が低下傾向になり、0.1重量部より少ないと濾過速度が低下傾向になる。

【0016】凝集剤または凝集剤組成物を懸濁液に添加した後、無機凝集剤又はカチオン系高分子凝集剤を添加することによって、濾過速度がさらに速くなり、剥離性がさらに良くなる。カチオン系高分子凝集剤の具体例としては、カチオン化デンプン、水溶性アニリン樹脂、ポリチオ尿素、ポリエチレンイミン、第4級アンモニウム塩、ポリビニルビリジン類、キトサン等が挙げられる。無機凝集剤の具体例としては硫酸アルミニウム、ポリ塩化アルミニウム、塩化マグネシウム、塩化第二鉄、硫酸第一鉄、硫酸第二鉄、消石灰、ケイ酸ソーダ、アルミニン酸ソーダ、アルミニウムミョウバン等が挙げられる。

【0017】適用できる懸濁液としては、通常、建設、土木工事あるいは下水処理などにおいて発生する汚泥；湖沼、内湾、都市河川などの汚泥；工場などから排出される触媒残渣に代表される産業廃棄物等のスラッジあるいは汚泥等が挙げられる。また、乳製品等の食品などにも適用することもできる。

【0018】本発明の凝集剤の好適な態様を以下に示す。

(1) エチレン性不飽和親水性単量体がアクリル酸、メタクリル酸、アクリルアミド又はメタクリルアミドである本発明の凝集剤。

(2) エチレン性不飽和親水性単量体と共に重合可能な単量体が、スチレン、メタクリル酸メチル又はアクリロニトリルと、ブタジエン又はアクリル酸ブチルとを組み合わせたものである本発明の凝集剤。

本発明の凝集剤組成物の好適な態様を以下に示す。

(1) 本発明の凝集剤の固形分100重量部に対して水溶性高分子10~900重量部を配合してなる本発明の凝集剤組成物。

(2) 固形分濃度が0.01~30重量%である本発明の凝集剤及び凝集剤組成物。

【0019】本発明の凝集方法の好適な態様を以下に示す。

(1) 本発明の凝集剤または凝集剤組成物を懸濁液に添加した後、無機凝集剤又はカチオン系高分子凝集剤を添加する本発明の凝集方法。

【0020】

【発明の効果】本発明の凝集剤及び凝集剤組成物を用いることによって、懸濁粒子を効率よく凝集でき、早い濾過速度で懸濁液を濾別でき、分離機器での剥離性に優れ且つ低い含水率の脱水ケーキを得ることができる。し

かも、本発明の凝集剤及び凝集剤組成物を用いて得られる脱水ケーキは流動性が低く、再泥漿化し難いので、セメント用、農業資材用として再利用が可能であり、資源のリサイクル化に有用である。

## 【0021】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を更に具体的に説明する。なお、実施例中の部及び%は重量基準である。

【0022】本実施例で行った評価方法を以下に説明する。

## ①凝集性能

浄水場から排出された固形分濃度4.2%、pH7.1、B型粘度5.9cP及び灰分72.0%の汚泥105部に、固形分濃度0.25%の凝集剤又は凝集剤組成物9部を添加し2分間攪拌した後、濃度4%のカチオン化デンプンの水溶液3.5部を添加し2分間攪拌して、試験用サンプルを得た。試験用サンプルにおける凝集物の形成状態を肉眼で観察し評価した。

○：凝集物の大きさが1～5mmである。

△：凝集物の大きさが1mm未満あるいは5mmを超えている。

×：凝集していない。

## 【0023】②濾過速度

ブフナ漏斗に、布厚0.7mm、通気度1250mm/秒のポリプロピレン製濾布を取付け、さらに懸濁液の濾過面積を一定にするために濾布の上に内径49mmの円筒を載せた。上記凝集性能試験で得られた試験用サンプル130mlを上記円筒に注ぎ込み、濾過し、その漏水をメスシリンダーで受け、漏水が40mlになるまでの時間を測定した。

## 【0024】③脱水ケーキの剥離性

上記の濾過速度試験において、濾過後、濾布に貯った脱水ケーキを取り出し、そのケーキを別の濾布で包み、簡易プレス機を用いて、脱水ケーキに0.1Kg/cm<sup>2</sup>の圧力を2分間加えた。その後、濾布をケーキから剥し、その剥がれ状態を以下の方法で評価した。

\*水ケーキを取り出し、そのケーキを別の濾布で包み、簡易プレス機を用いて、脱水ケーキに0.1Kg/cm<sup>2</sup>の圧力を2分間加えた。その後、濾布をケーキから剥し、その剥がれ状態を以下の方法で評価した。

◎：脱水ケーキが濾布に殆ど付着しない。

○：濾布にやや付着する。スパチラで搔くと簡単に剥がれる。

△：濾布にかなり付着する。スパチラで搔いてなんとか剥がれる。

×：濾布にべったり付着する。スパチラで搔いても剥がれない。

## 【0025】④脱水ケーキの含水率

濾過速度試験において、濾過後、濾布に貯った脱水ケーキを約5gを105℃で2hr乾燥し、乾燥前後の重量変化から含水率を求めた。

## 【0026】（凝集剤）

## 実施例1

温度計、攪拌機、還流冷却器及び窒素導入管を備えた反応器内を窒素ガスで置換した後、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ3.5部、過硫酸アンモニウム0.5部、軟水300部及び表1に示す処方の単量体100部を仕込んだ。次いで、反応器を60℃まで加熱し、8時間反応を続け、最後に20℃まで冷却して、凝集剤としての共重合体のラテックスを得た。この凝集剤の性能評価結果を表1に示した。

## 【0027】実施例2～3及び比較例1

実施例1において、単量体処方を表1に示すものに変えた他は実施例1と同様にして凝集剤としての共重合体ラテックスを得た。これら凝集剤の性能評価結果を表1に示した。

## 【0028】

## 【表1】

表1

	[%]	実施例			比較例 1
		1	2	3	
(単量体の組成)					
メタクリル酸	25	30	20	10	
アクリル酸	25	10	10	10	
アクリルアミド	20	10	10	5	
ブタジエン	20	25	35	55	
ステレン	10	25	25	20	
(性能評価)					
凝集性能	[-]	○	○	○	×
濾過速度	[秒]	32	35	34	-
剥離性	[-]	○	○	○	-
含水率	[%]	68	65	67	-

\*比較例1は、滤過ができないので、性能評価を行えなかった。

## 【0029】比較例2

凝集剤としての水溶性高分子（ポリアクリルアミド：重合度約16万）の性能評価結果を表2に示した。

## 【0030】（凝集剤組成物）

## 実施例4～6及び比較例3

実施例1において、単量体処方を表2に示すものに変えた他は実施例1と同様にして共重合体ラテックスを得、

50 これに水溶性高分子（ポリアクリルアミド：重合度約1

6万)を表2の処方に従って添加し攪拌して、凝集剤組成物を得た。これらの凝集剤組成物の性能評価結果を表2に示した。

\*

表2

		実施例			比較例	
		4	5	6	2	3
重合体ラテックス	(固形分[部])	100	100	100	0	100
(単量体)	[%]					
メタクリル酸		10	15	25	—	1
アクリル酸		10	2	25	—	—
アクリルアミド		5	10	20	—	2
ブタジエン		55	40	10	—	67
ステレン		20	33	20	—	30
水溶性高分子	[部]	350	200	60	100	350
(性能評価)						
凝集性能	[-]	○	○	○	○	△
濾過速度	[秒]	28	29	24	45	45
剥離性	[-]	◎	◎	◎	×	×
含水率	[%]	67	67	66	73	68

【0032】以上より、エチレン性不飽和親水性単量体5~90重量%を共重合して得られる共重合体のラテックスからなる凝集剤を用いることによって、懸濁粒子を

効率よく凝集でき、懸濁液の濾過速度が高く、剥離性に優れ且つ含水率が低い脱水ケーキが得られることがわかる。